Ver. 3.04

マイクロジェット・クライオトラップ

MODEL MJT-1030Ex

取扱説明書

フロンティア・ラボ 株式会社
www.frontier-lab.com

ご使用の前に

1. フロンティア・ラボ製マイクロジェット・クライオトラップをお買い上げ頂きまして、誠にありがとうございます。本装置の性能を十分に発揮させるために、ご使用前に本取扱説明書をお読みください。
2. この取扱説明書は、マイクロジェット・クライオトラップにおける一般的な事項、装置の操作、メインテナンス、故障診断、その他関連項目を記載しております。実際のご使用には、関連する弊社製品、ならびに各社の GC や GC/MS の取扱説明書も併せてご参照ください。

製品保証規定

フロンティア・ラボは、弊社製品の故障・不具合について、別紙の製品保証規定に従い保証します。製品保証規定は、弊社ホームページからもご覧いただけます。

製品のサポート期限

弊社製品の消耗部品、保守部品の供給ならびに点検・修理などのサポート期限は、原則として、製品の販売終了後 **7 年間**となっております。但し、部品の製造メーカーから購入している電子部品等については、これらのメーカーの製造中止後の対応ならびに弊社で確保した在庫の変動などにより製品の販売終了後 7 年以内であっても保守部品の供給ができなくなる場合があります。

安全な取り扱いについて

本製品を正しく安全に取り扱うため、本製品の操作にあたっては本書の安全注意事項を必ずお守りください。本書で指定していない方法で使用した場合は、本製品の保護機能が損なわれることがあります。なお、これらの注意に反した使用により生じた障害については、フロンティア･ラボ株式会社は一切の責任を負いかねます。

警告表示の分類

本取扱説明書および製品には、以下の警告や注意の表示(又はラベル)が貼付されています。これらの表示がある場合に誤った取り扱いをすると、身体および製品に重大な危険を生ずる可能性がある事を示しています。

警告や注意の表示は以下のように使い分けています。これらの表示の内容をよく理解し、指示を守ってください。

警告

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が死亡又は重症を負う可能性があると思われる事項を示しています。

注意

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が障害を負うことが想定される内容、および物的損害の発生が想定される事項を示しています。

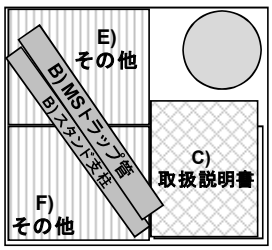
その他、取り扱い上重要な情報は [　　] で囲って表示します。

マイクロジェット･クライオトラップ梱包内容物リスト

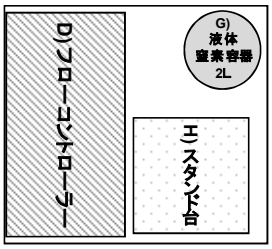
MJT-1030Ex 梱包内容物確認リスト

本製品のパッケージには、次のものが同梱されています。ご使用になる前に、すべて揃っていることをご確認下さい。 万一梱包内容物確認リストと中身が異なっていたり、欠品あるいは損傷があった場合は、お手数ですが弊社代理店又は弊社までご連絡下さい。

※ 梱包を真上から見た状態
(一段目)



(二段目)



(三段目)

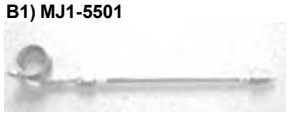
A) 梱包内容: ☐

A1) MJ1-1303

液体窒素導入チューブEx(1本)

B) 梱包内容: ☐

B1) MJ1-5501 ☐



MS トラップ管 (1本)

B2) MJ1-1514 ☐

スタンド支柱
(組立て式支柱、ワッシャーとネジ付き、1式)
* 卓上液体窒素容器セットの一部品

C) 梱包内容: ☐

C1) PY1-7051

☐ 取扱説明書 CD
☐ 設置手順書
☐ 性能保証書

D) 梱包内容: ☐

D1)

フローコントローラー (1台)

H) 梱包内容: ☐

H1) MJ1-1513

スタンド台 (1台)
* 卓上液体窒素容器セットの一部品

G) 梱包内容: ☐

G) MJ1-1511

液体窒素容器 2L (1個)
* 卓上液体窒素容器セットの一部品

E) 梱包内容: ☐

E1) PY1-7023 ☐

AC コード (1本)

E2) MJ1-4201 ☐

MJT 制御ケーブル (1本)

E3) MJ1-4202 ☐

MJT 信号ケーブル (1本)

E4) MJ1-1515 ☐

ムッフ付クランプ (1個)
* 卓上液体窒素容器セットの一部品

E5) MJ1-1517 ☐

液面ゲージ(1本)
*卓上液体窒素容器セットの一部品

E6) ☐

マイクロジェットチューブ (2個)
(Re-order : MJ1-1111、1個)

E7) MJ1-1121 ☐

氷結防止金具 (2個)

F) 梱包内容:

取付けキット（次のうちいずれかのキットが含まれています）

F1) MJ1-K580: MJT-1030E/Ex HP5890用取付けキット（1式）

MJ1-1202

液体窒素導入チューブ固定板
（M4 x 8セムスネジ,
オーリング（P-5）各4個付き）

MJ1-3501

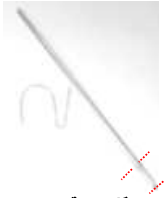
チューブハンガー（1組）

F1) MJ1-K680: MJT-1030E/Ex Agilent6890/7890用取付けキット（1式）

MJ1-1201

液体窒素導入チューブ固定板
（M4 x 8セムスネジ,
オーリング（P-5）各4個付き）

MJ1-3502



チューブハンガー（1組）

F1) MJ1-K201: MJT-1030E/Ex 島津GC-17A/2010用取付けキット（1式）

MJ1-1204

液体窒素導入チューブ固定板
（M4 x 12セムスネジ,
オーリング（P-5）各4個付き）

MJ1-3501

チューブハンガー（1組）

F1) MJ1-K380: MJT-1030E/Ex バリアンCP3800GC用取付けキット（1式）

MJ1-1208

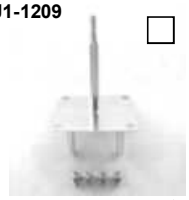
液体窒素導入チューブ固定板
（M4 x 8セムスネジ,
オーリング（P-5）各4個付き）

MJ1-3501

チューブハンガー（1組）

F1) MJ1-K801: MJT-1030E/Ex PerkinElmer Clarus GC用取付けキット（1式）

MJ1-1209



液体窒素導入チューブ固定板
（M4 x 8セムスネジ,
オーリング（P-5）各4個付き）

MJ1-3501

チューブハンガー（1組）

F1) MJ1-K901: MJT-1030E/Ex Thermo TRACE GC Ultra用取付けキット（1式）

MJ1-1207

液体窒素導入チューブ固定板
（M4 x 8セムスネジ,
オーリング（P-5）各4個付き）

MJ1-3501

チューブハンガー（1組）

F1) MJ1-K903: MJT-1030E/Ex Thermo TRACE 1300/1310GC用取付けキット(1式)

MJ1-1218

液体窒素導入チューブ固定板
（M4 x 8セムスネジ 2個,
オーリング（P-5）4個付き）

F2) MJ1-4211

ショートプラグ（1個）

F3) MJ1-1512

液体窒素容器蓋 2L（1個）

F4) MJ1-1305

熱交換コイル 2L（1個）

F6) MJ1-K300 マイクロジェットチューブ固定キット（1式）

マイクロジェットチューブ
ユニオンセット
（袋ナット、固定ナット付き、1式）
(Re-order MJ1-3101)

グラファイトフェラル（2個）
（Re-order MJ1-7941、5個入り）

目次

ご使用の前に……A-2

製品保証規定……A-2

製品サポート期限……A-2

安全な取り扱いについて……A-3

梱包内容物リスト……A-4

目次……A-6

第 1 章　マイクロジェット・クライオトラップについて……1-1

1.1　製品の概略……1-1

1.2　動作原理……1-1

1.3　各部の名称……1-4

第 2 章　仕様……2-1

第 3 章　据付け……3-1

3.1　据え付け前の準備……3-1

3.2　液体窒素導入チューブ固定板の設置……3-2

3.3　フローコントローラーの設置……3-6

3.4　液体窒素導入チューブの取り付け……3-7

3.5　マイクロジェットチューブの取り付け……3-9

3.6　各装置の配管およびケーブルの接続……3-11

3.7　温度表示の確認と補正……3-14

3.8　スタンドの設置……3-16

3.9　カラムの取り付け……3-16

3.10 熱交換コイルの液体窒素容器への挿入……3-17

3.11 液体窒素導入チューブの取り外し……3-18

第 4 章　操作……4-1

4.1　熱交換コイルの取り扱い……4-1

4.2　窒素ガス供給圧力の設定……4-1

4.3　マニュアルモードでの操作……4-2

4.4　熱分解装置の制御ソフトウェアからの自動制御……4-2

第 5 章　性能確認……5-1

5.1　流量の確認……5-1

5.2　冷却温度の確認……5-1

5.3　トラップ効果の確認……5-1

第 6 章　故障対策……6-1

第 7 章　交換部品表……7-1

第1章 マイクロジェット・クライオトラップについて

1.1 製品の概略

キャピラリーガスクロマトグラフィーにおいて、希薄な成分を含むガス試料や、高分子試料を数分から数十分にわたり加熱した時に発生するガスを分離カラムに導入する場合には、非常に長いバンドで試料成分が分離カラムに導入されます。そのため、これらの成分を分離カラム先端部でトラップし、短いバンドにフォーカシングすることは、ピークの分離を向上させるために有効な手法です。この目的のために、従来まで様々な方法が用いられてきましたが、冷媒の使用量の多さ、冷却温度の不十分さや自動化の困難さといった様々な問題がありました。本装置はこれらの諸問題を解決するために開発された、従来にない全く新しい方法に基づく冷却トラップ装置です。

本装置では、分離カラムの一部分を冷却するために、少量の冷媒で-190 ºC 付近までの冷却が達成でき、ブタン（n-C_4）程度の沸点の成分もトラップすることが可能です。また、弊社のパイロライザーまたはマイクロリアクターとの組み合わせにより、各種の自動分析が可能です。

1.2 動作原理

本装置の流路図をFig. 1.1に示します。液体窒素に浸漬した熱交換コイルで、フローコントローラーにより流量制御された乾燥窒素ガスを液化させ、それをGC恒温槽内に取り付けた分離カラムの先端局部に、ジェット流として吹き付けて急冷します。この状態でカラムに試料が導入され、それらがこの冷却部でトラップされます。

フローコントローラー内部の流路図をFig. 1.2に示します。フローコントローラーに入った窒素ガスは、ストップコックを通り、固定抵抗とマスフローコントローラーで流量制御されます。固定抵抗は、液体窒素導入管の氷による閉塞を防ぐために、電磁弁の開閉に関係なく常に約10mL/minの窒素ガスを流します。電磁弁はマスフローコントローラーからの窒素ガスのON／OFFを制御し、ONの時に冷却が行われます。マスフローコントローラーにより、窒素ガスを必要な冷却温度が得られる流量に調整します。また、液体窒素導入管が閉塞した時に急激な圧力上昇を防ぐために、フローコントローラーの出口付近には安全弁を備えています。

冷却時とその後の試料成分の熱脱着時の模式図をFig. 1.3に示します。電磁弁を閉じ窒素ガスを停止させることでGC恒温槽内の加熱空気（例えば40ºC）がFig.1.3Bに示すように通過し、トラップされた成分は、約10ºC/sec以上で急速熱脱着されます。また、分離カラムを氷結防止金具を装着したマイクロジェットチューブ内で冷却することにより、冷却時には空気中の水分の冷却部分への接触を遮断します。これにより、カラムへの氷結を防止し、高温多湿の環境でも使用可能です（Fig. 1.3A）。

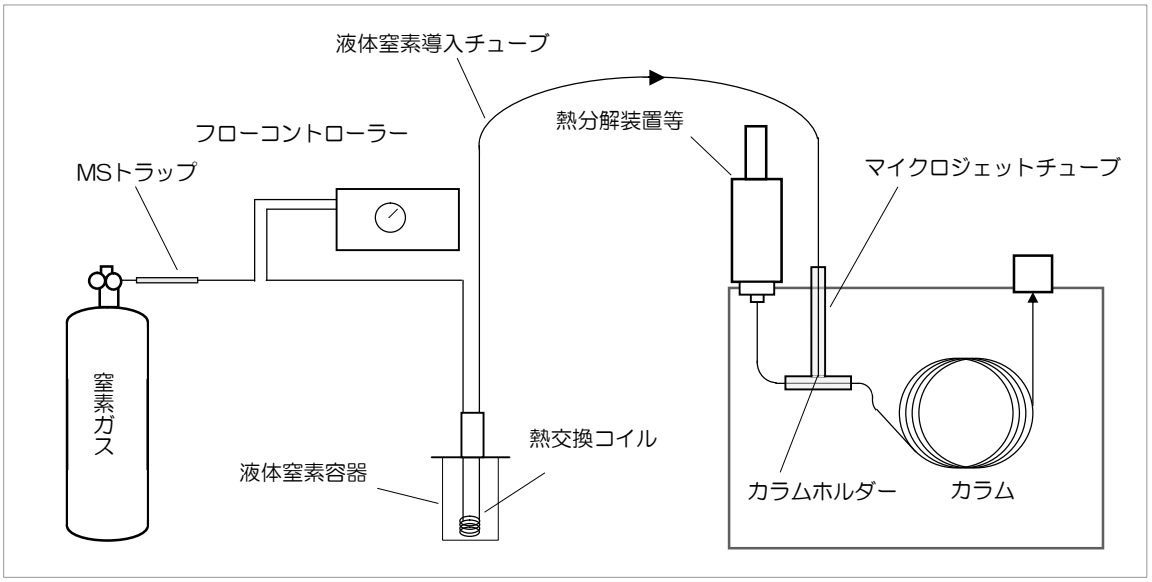


Fig. 1.1 MJT-1030Exの流路図

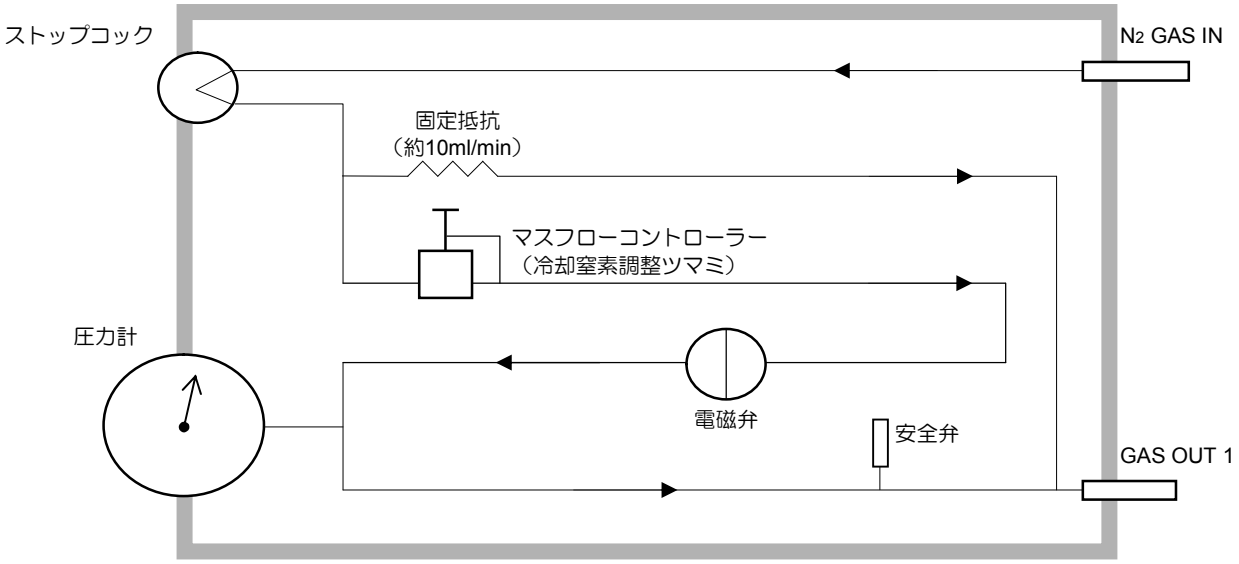


Fig. 1.2 フローコントローラー内部の流路

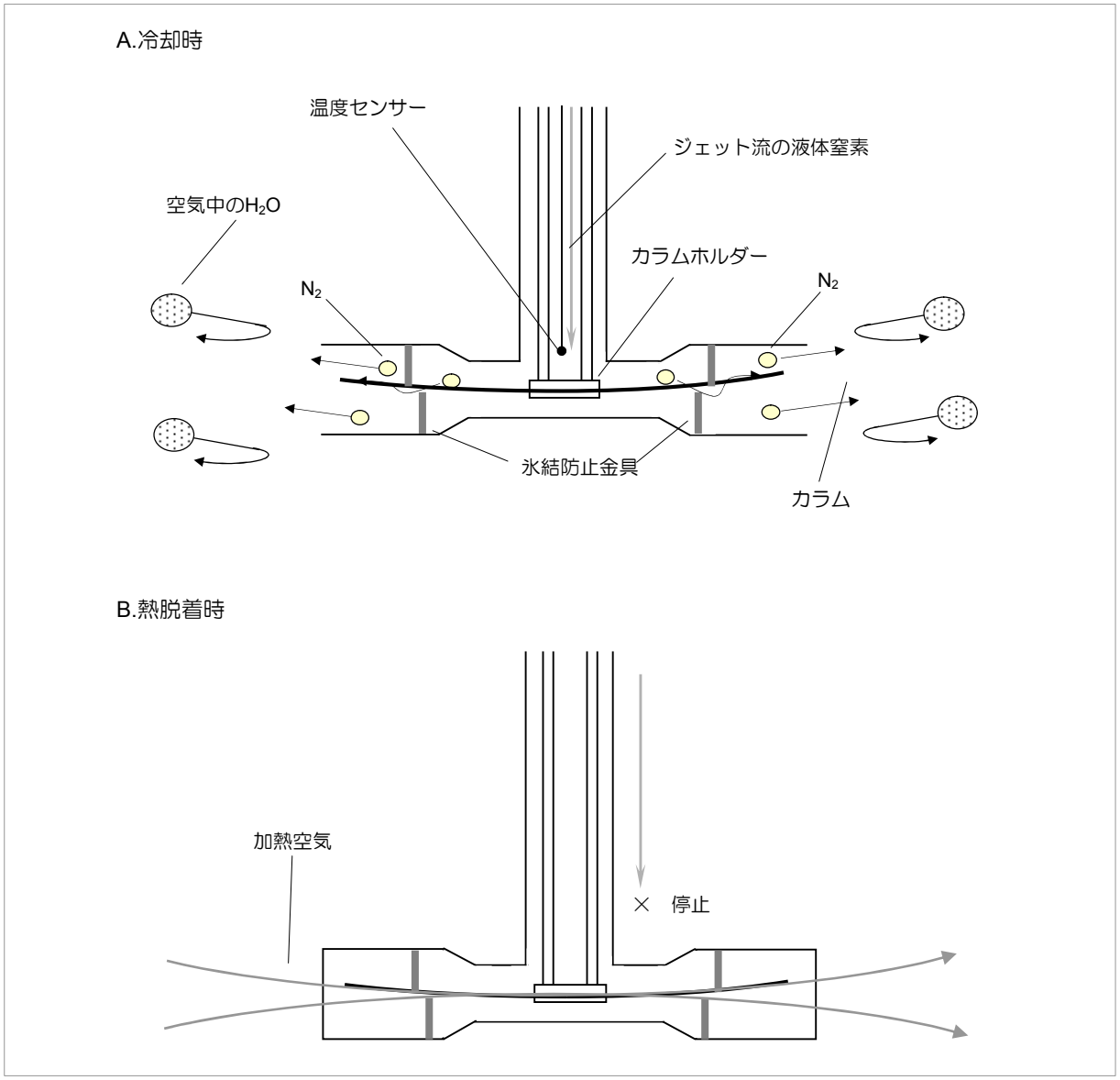


Fig. 1.3 カラム先端部の冷却時のN_2ガスの流れとその後の加熱空気の導入による熱脱着

1.3 各部の名称

フローコントローラーの各部の名称を Fig. 1.4 および Fig. 1.5 に示します。

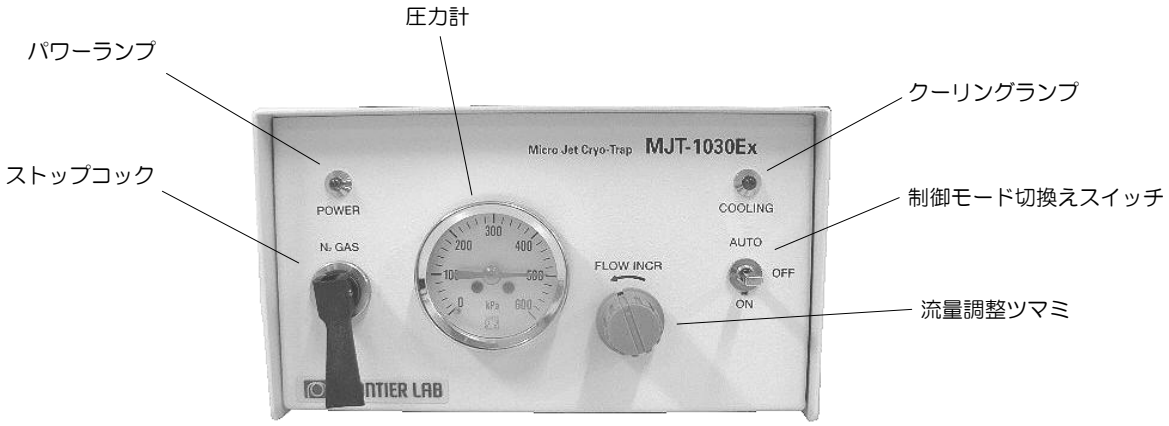


Fig. 1.4 フローコントローラー正面各部の名称

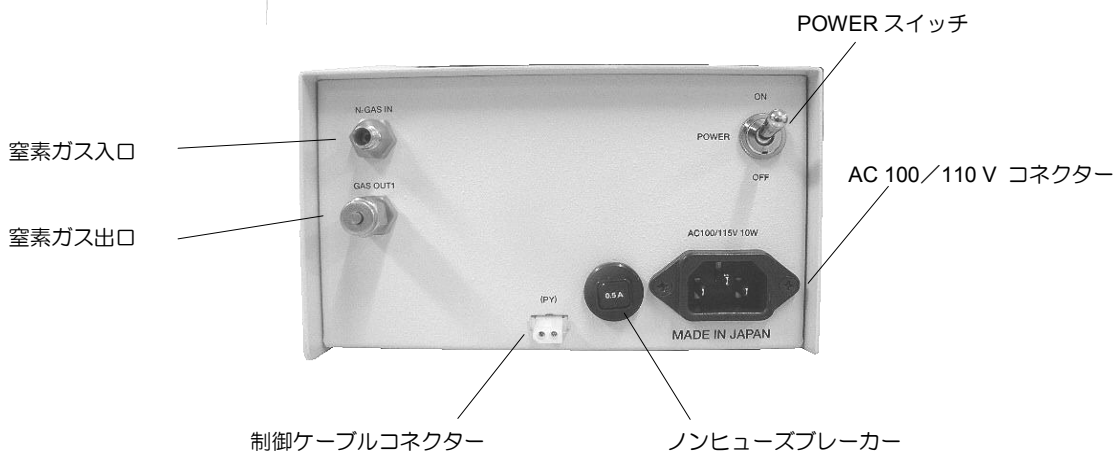


Fig. 1.5 フローコントローラー背面各部の名称

第2章 仕様

冷却温度　　：約-180ºC 以下（窒素ガス流量：7L/min、GC オーブン 40ºC の場合）

安全装置　　：窒素ガスの過剰圧力防止用安全バルブ（最高圧力：600 KPa）

自動制御が可能な装置：

フロンティア・ラボ製パイロライザー
（EGA/PY-3030D, PY-3030S, PY-2020iD, PY-2020iS）または
マイクロリアクター（Rx-3050TR, Rx-3050SR）

冷却温度表示　：上記装置の制御ソフトウェア上で表示

使用可能カラム：内径 0.25 mm 以下の金属および内径 0.5 mm 以下の溶融シリカキャピラリーカラム

電源　　：AC100／110V, 0.5A

使用環境温度　：30ºC 以下

使用可能なＧＣ：アジレント社 （7890, 6890）
サーモフィッシャー社（TRACE GC）
島津製作所社（GC-17A, GC-2010）
パーキンエルマー社（Clarus GC）

＜GC オーブン上部に他の付属装置を装備しているものは取り付けできない場合があります＞

性能改良のため、仕様は予告なく変更する場合があります。

第3章 据付け

3.1 据付け前の準備

① 窒素ガス

窒素ガスは本製品使用時に最大約 7L/min が消費されます。窒素ボンベをご使用の場合に他の装置と共用しますと、ガス圧力の変化に伴い、他の装置に影響を及ぼす事があります。本製品には専用の窒素ボンベ（酸素濃度：5 ppm 以下、露点：-65ºC 以下）を使用することをお勧めします。

② 圧力調整器

窒素ボンベをご使用の場合、二次圧の最高使用圧力が 1 MPa 以上で、差圧 400 kPa の時の最大流量が 20L/min 以上のものをご用意ください。流量が不足すると、仕様の冷却能力が得られません。

③ 電源

AC100／110V（最大 0.5A）のアース付き 3 ピンコンセントをご準備ください。本製品に付属する電源ケーブルの長さは 2 m です。

④ 検査用試料

簡易ライターの燃料ガス（ブタンガス）

注意

窒息の危険 ― 液体窒素は蒸発する（体積が約 700 倍に膨張する）と空気中の酸素濃度を急速に低下させます。液体窒素容器を設置又は液体窒素を容器に追加する場合は、換気の良い場所でかつ液体窒素をこぼさないように、細心の注意を払って作業してください。

注意

窒息の危険 ― 本装置は大量の窒素ガスを使用します。本装置は必ず換気の良い場所に設置してご使用ください。

注意

熱交換コイル（Fig. 3.12 参照）を液体窒素容器に挿入する前には、初めに 1 分間以上窒素ガスを流して、液体窒素導入チューブ内の水分を十分にパージしてから、窒素ガスを流しながらゆっくり挿入してください。

注意

熱交換コイルを液体窒素容器に入れた状態では、必ず窒素ボンベのコックおよび MJT-1030Ex のフローコントローラーのストップコック（Fig. 1.4 参照）を開けておいてください。

3.2 液体窒素導入チューブ固定板の設置

3.2.1 アジレント社製 7890, 6890 の場合

① GC オーブン上部のアルミ板の Fig. 3.1 に示す部分をカットし取り除きます。（ニッパー等で容易にカットできます。）

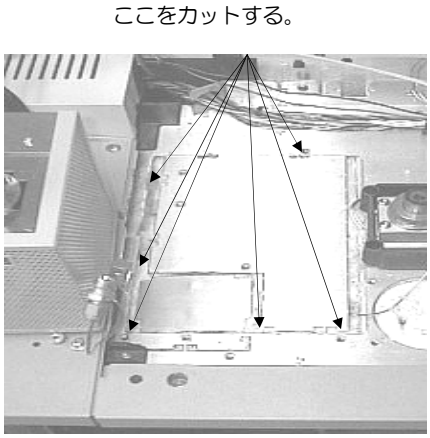


Fig. 3.1 GCオーブン上部のアルミ板のカット
（Agilent 6890の例）

② GC オーブン内部の穴（Fig. 3.2 に示す位置の穴）に合わせて、断熱材にドライバー等で穴を貫通させ、径 1 cm 程度に穴を広げます（Fig. 3.2、写真はフロント注入口に弊社製品の選択的試料導入装置用ＳＳアダプターが装着された状態です）。

Fig. 3.2 オーブン上部の断熱材のカット

③ 液体窒素導入チューブ固定板のチューブガイドを②で開けた穴に挿し入れ、液体窒素導入チューブ固定板を GC オーブン上に設置します（Fig. 3.3）。

④ 液体窒素導入チューブ固定板をネジ（M4 x 6 mm）で固定します（Fig. 3.3）。

GCオーブン上部に取付け板を設置し、ネジで固定します。
GCのバージョンによりネジ穴の位置が異なります。ネジは2箇所留めになります。

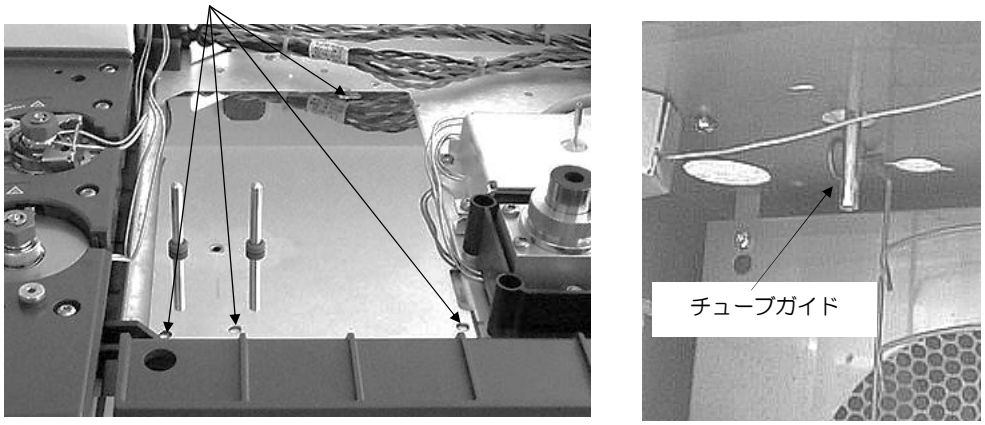


Fig. 3.3 液体窒素導入チューブ固定板の設置と固定

⑤ オーリング（P-5、オレンジ色）を固定板のポストに取り付けます（Fig. 3.4）。

ガイドポストをネジ穴に固定し、付属のオーリング（P-5）を各ガイドポストに2個ずつ取り付けます。

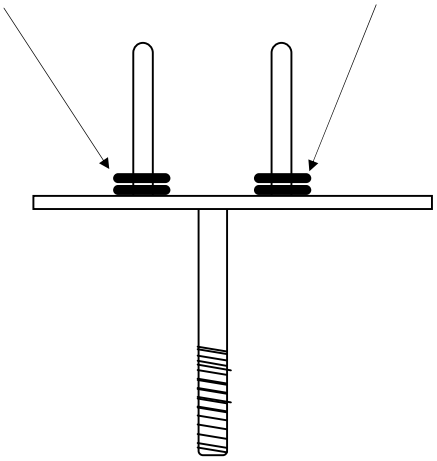


Fig. 3.4 ガイドポストの設置

3.2.2 島津製作所社製 GC-17A / 2010 の場合

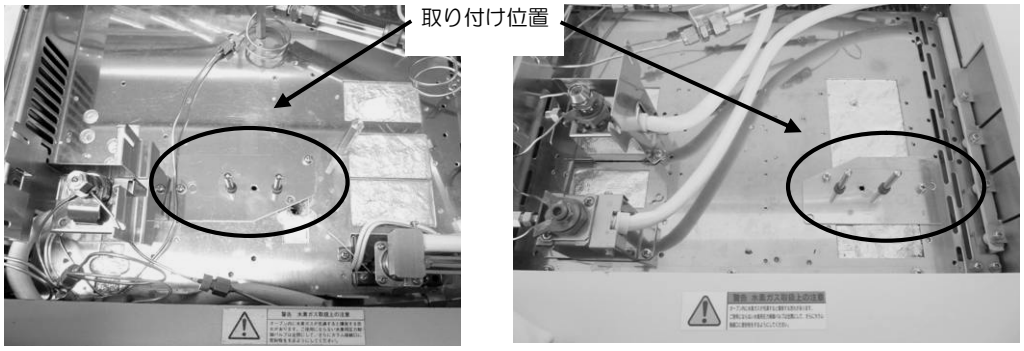
① GC により取り付け位置が異なります。下記の位置に穴を開けてください（Fig. 3.5）。

【GC-17A の場合】

GC オーブン上部の Fig.3.5（a）に示した位置に、ドライバー等で断熱材に直径 1 cm 程度の穴を開け、貫通させます。また、図中矢印のカバー支持棒を取り外してください。

【GC-2010 の場合】

検出器取り付け位置 Fig.3.5（b）を利用します。オーブン内から貫通穴位置を確認して、直径 1 cm 程度の穴を開けます。GC-2010 では、カラムホルダーの開口部の向きに注意して取り付けてください。
（詳細は「3.4 液体窒素導入チューブの取り付け」参照。）



(a)GC-17A への取り付け　　(b) GC-2010 への取り付け

Fig. 3.5 各 GC オーブン上部への液体窒素導入チューブ固定板の取り付け

② 液体窒素導入チューブ固定板を（Fig. 3.6）であけた穴に、チューブガイド側から GC オーブン内に挿入し、付属のネジで、GC に板を固定します。固定ネジ穴は、2 箇所使用します（GC-17A と GC-2010 で使用する位置が異なります）。

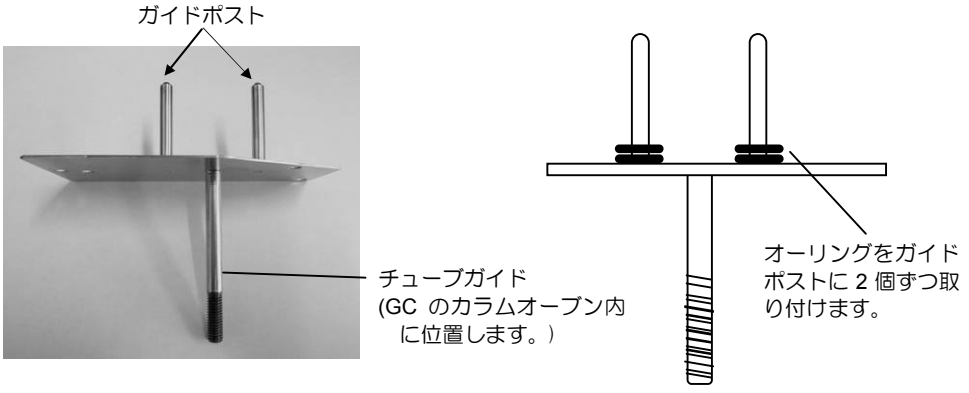


Fig. 3.6 液体窒素導入チューブ固定板

3.2.3 パーキンエルマー社製 Clarus GC の場合

① GC オーブン上部の Fig. 3.7 で示した“穴開け位置”をドライバー等でオーブン内部まで貫通し、断熱材に直径 1 cm 程度に穴を開けます。

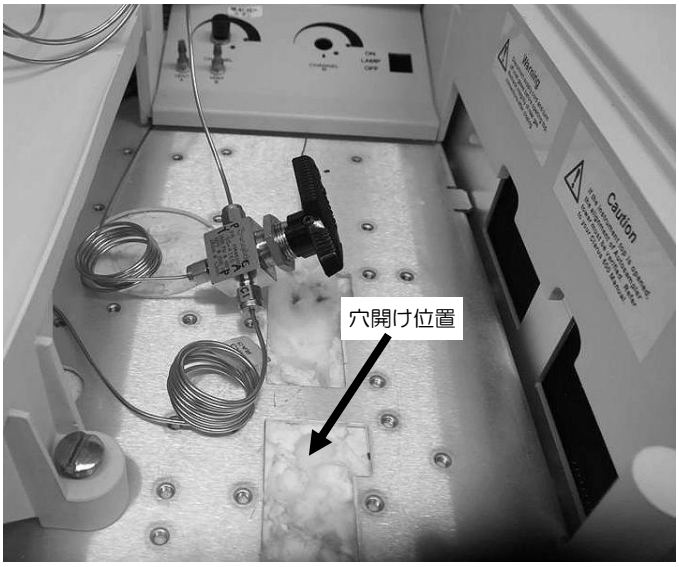


Fig. 3.7 GC オーブン上部への穴開け位置（Clarus GC の例）

② 液体窒素導入チューブ固定板を（Fig. 3.7）であけた穴に、チューブガイド側から GC オーブン内に挿入し、付属のネジで、GC に板を固定します。

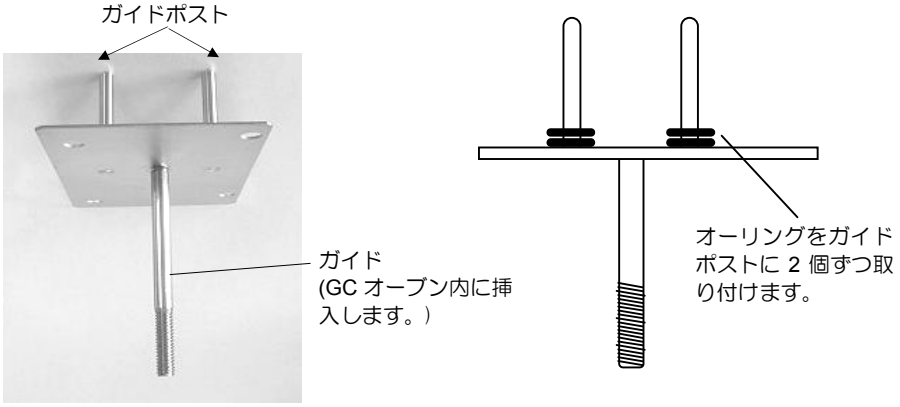


Fig. 3.8 液体窒素導入チューブ固定板

3.2.4 サーモフィッシャー社製 TRACE 1300/1310GC の場合

① GC オーブン上部の検出器モジュールを外し、付属の断熱材を取り付けます。（Fig. 3.9 参照）

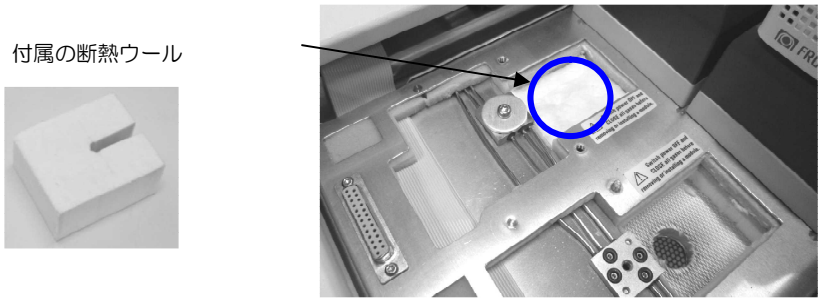


Fig. 3.9 検出器モジュールの取り外し

② 液体窒素導入チューブ固定板をチューブガイド側から GC オーブン内に挿入し、付属のネジで GC へ固定します。

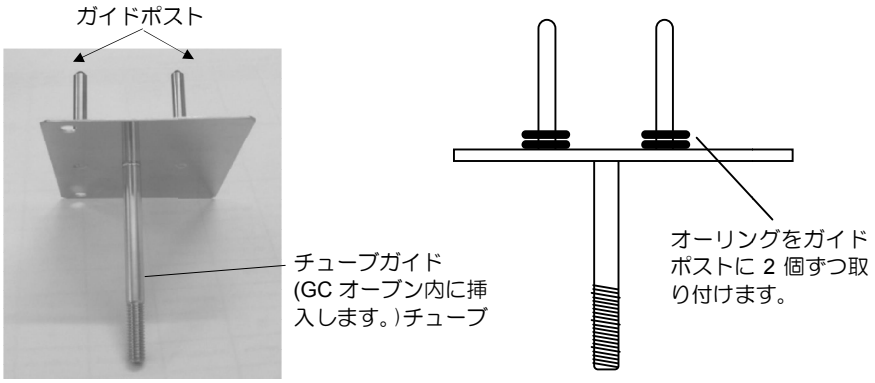


Fig. 3.10 液体窒素導入チューブ固定板

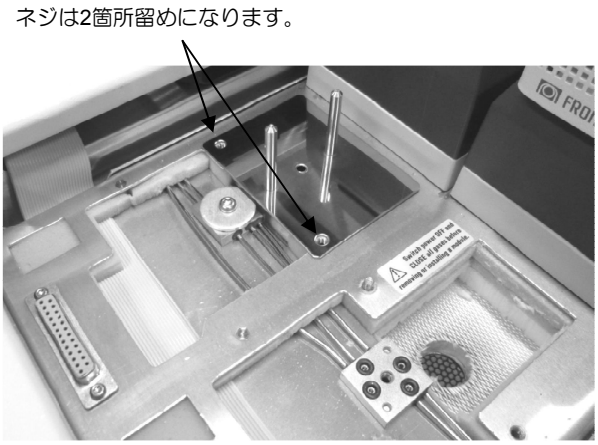


Fig. 3.11 液体窒素導入チューブ固定板の取り付け

3.3 フローコントローラーの設置

フローコントローラーと液体窒素容器を、落下や転倒などの危険がない場所に設置します（Fig. 3.9）。

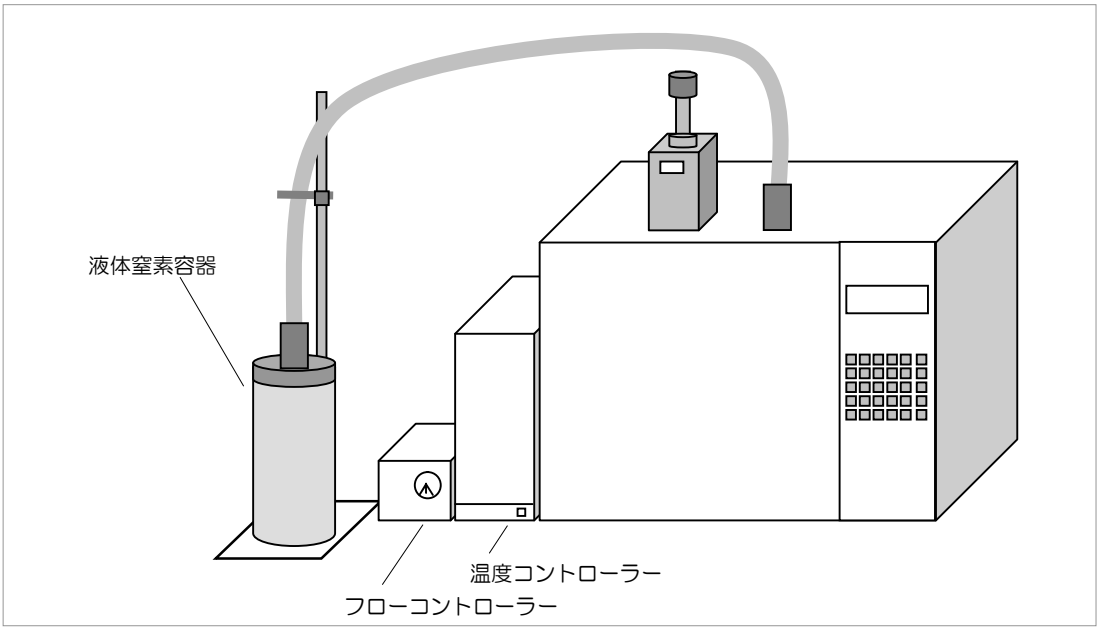


Fig. 3.9 フローコントローラーと液体窒素導入装置の設置

注意

試料前処理装置や、オートサンプラーの可動部が本装置の液体窒素導入チューブに接触すると、液体窒素導入チューブを損傷する可能性があります。可動部の軌道を十分に確認して相互に干渉しないように本装置を設置してください。

3.4 液体窒素導入チューブの取り付け

① 液体窒素導入チューブ先端部を固定板の穴にまっすぐ挿し入れ、チューブホルダーにあるガイドポスト挿入穴（４箇所のうち２箇所）を固定版のガイドポストに差し込み、固定します（Fig. 3.10, 3.11(a)）。

注意

液体窒素導入チューブ先端のカラムホルダー（純金製）を、曲げたり破損させたりしないように注意して取り扱ってください。

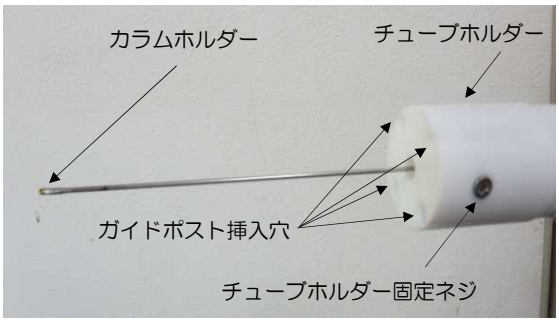
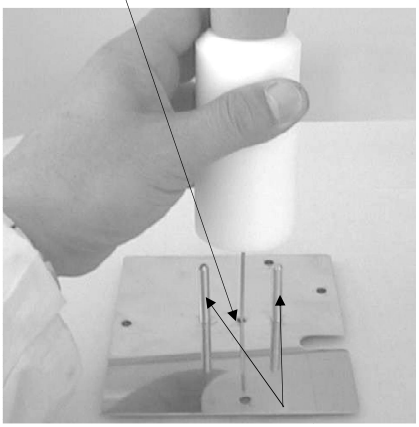


Fig. 3.10 液体窒素導入チューブの先端部分

液体窒素導入チューブの先端を、固定板の穴（チューブガイド）に挿し入れます



ガイドポストをガイドポスト挿入穴に挿し入れます

Fig. 3.11(a) 液体窒素導入チューブの取り付け

島津製作所社製 GC-2010 の場合、カラムホルダー開口面は GC オーブン開口面と垂直方向に取り付けてください（Fig. 3.11(b)）。
その他の GC の場合、カラムホルダー開口面は GC オーブンの開口面と平行に取り付けてください。

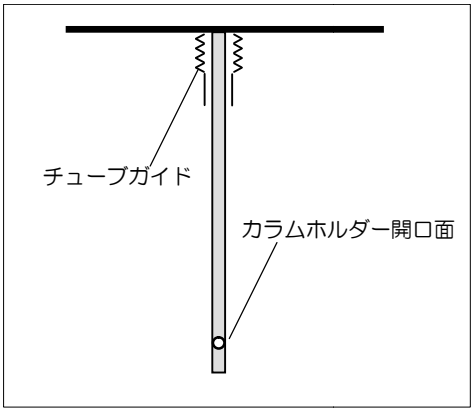


Fig. 3.11(b) GC-2010 用カラムホルダー開口面

② 熱交換コイルに液体窒素容器蓋の穴を通し、液体窒素導入チューブと熱交換コイルを接続します（Fig. 3.12）。熱交換コイルの短いパイプを、液体窒素導入チューブの長いパイプと接続します。袋ナットを手で締めてから、スパナでわずかに（1/4 回転以下）増し締めしてください。

③ 液面ゲージを液体窒素容器蓋の小さい穴に通し、ゲージの先端に抜け止めを取り付けます（Fig. 3.12）。

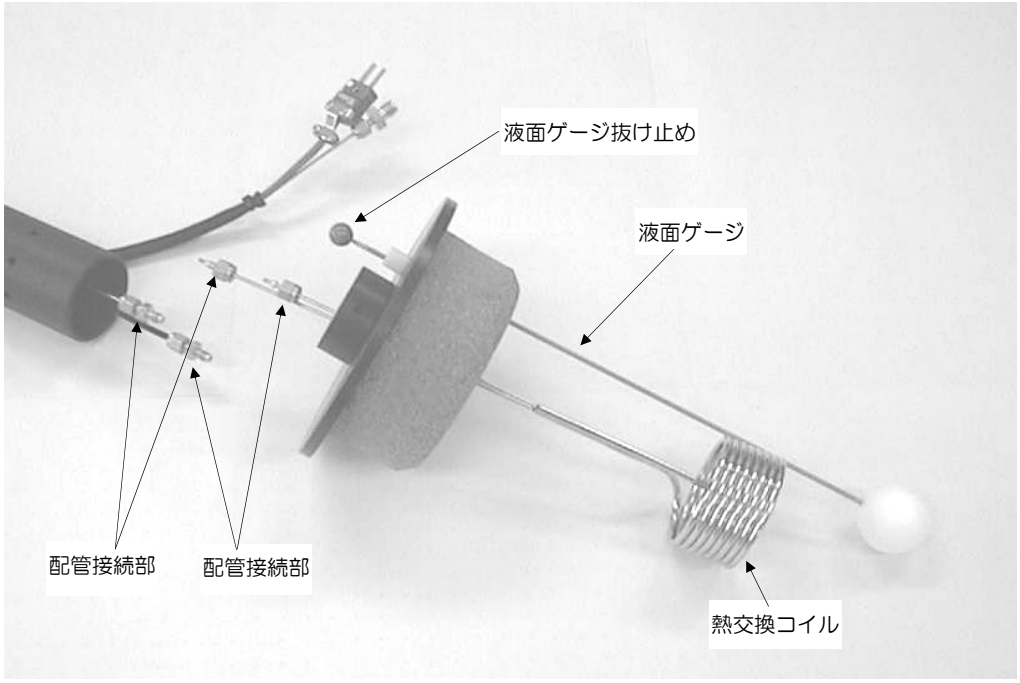


Fig. 3.12 熱交換コイルの接続および液面ゲージの設置

3.5 マイクロジェットチューブの取り付け

① マイクロジェットチューブ（石英製）にマイクロジェットチューブ固定キットを取り付けます。はじめに、マイクロジェットチューブに袋ナットとグラファイトフェラルを挿し入れ、マイクロジェットチューブユニオンと接続します。袋ナットは手で締めてからスパナで約 1/3 回転増し締めしてください（Fig.3.13）。締めすぎるとマイクロジェットチューブを破損する恐れがありますのでご注意ください。

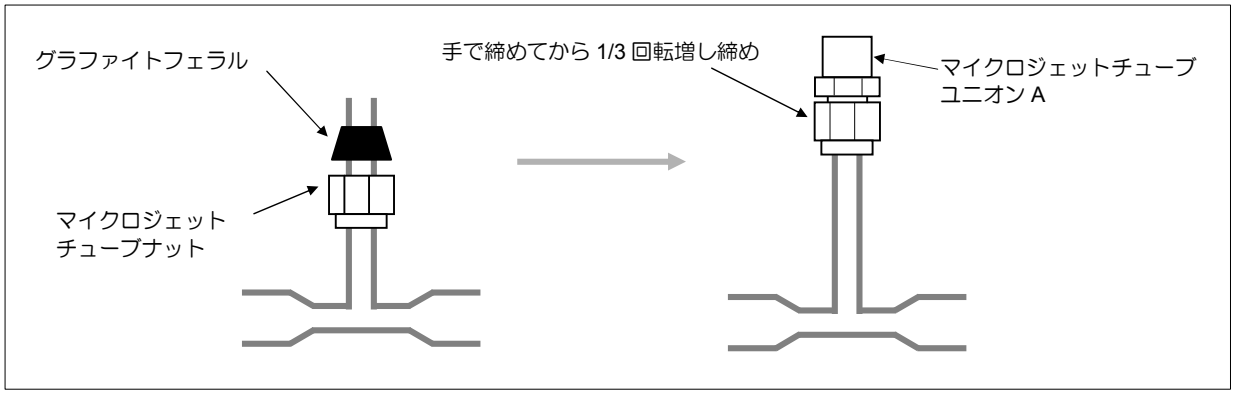


Fig. 3.13 マイクロジェットチューブ固定キットの取り付け

② マイクロジェットチューブに氷結防止金具を取り付けます（Fig. 3.14）。

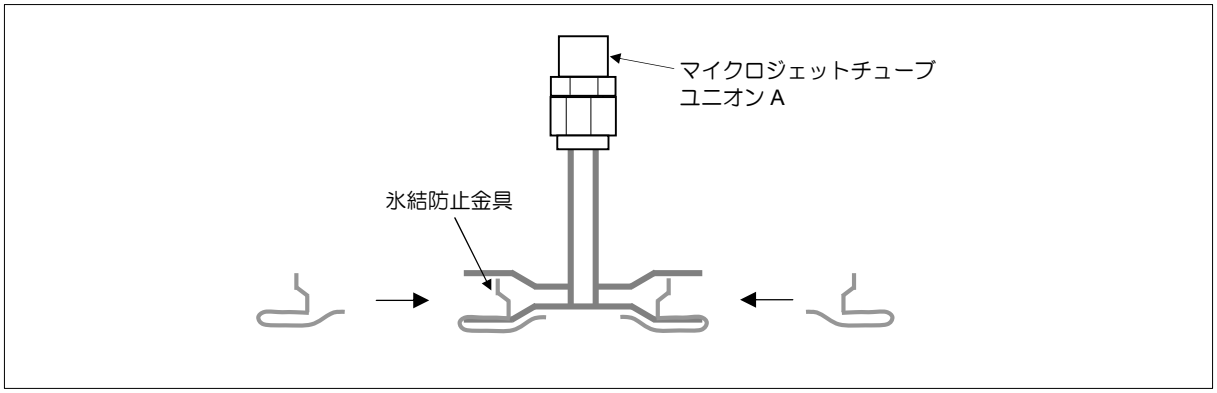


Fig. 3.14 氷結防止金具のマイクロジェットチューブへの取り付け

③ 液体窒素導入チューブ固定板のチューブガイドに、はじめにマイクロジェットチューブ固定キットのナットをねじ込み、次に①でユニオンと接続したマイクロジェットチューブを接続します（Fig. 3.15）。

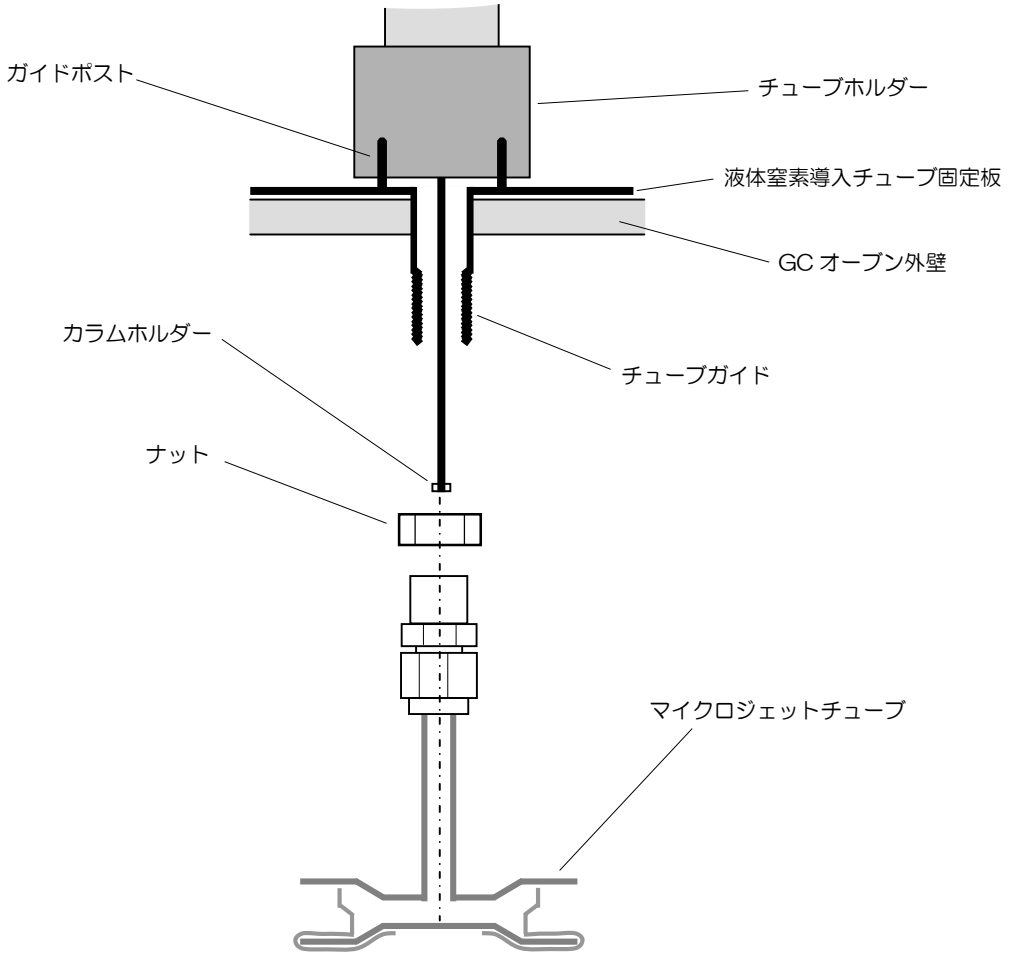


Fig. 3.15 チューブガイドとマイクロジェットチューブの接続

④ カラムホルダーがマイクロジェットチューブの水平管の中央に位置するようにマイクロジェットチューブを回転させて、高さを調整してください。その後ナットでマイクロジェットチューブが動かないように固定してください（Fig.3.16）。

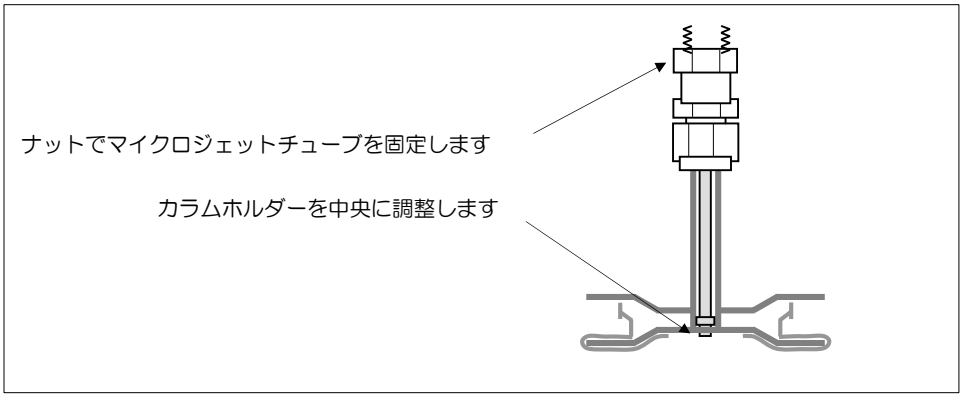


Fig. 3.16 マイクロジェットチューブの位置調整と固定

3.6 各装置の配管およびケーブルの接続

① MJT 制御ケーブルを用いて、フローコントローラーと液体窒素導入チューブを接続します（Fig. 3.17）。コネクターはそれぞれ同じ色同士を接続してください。

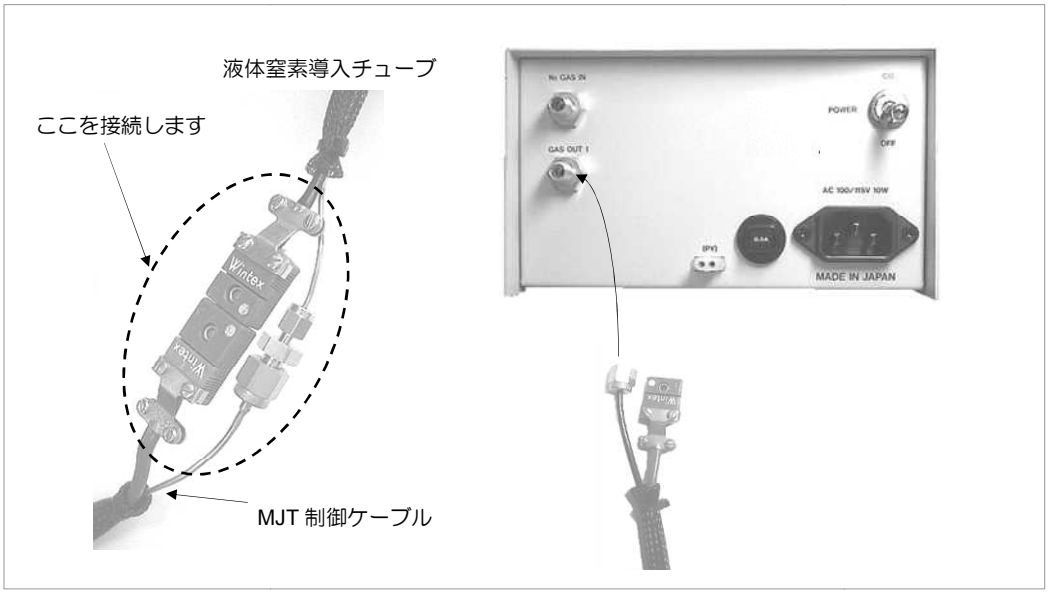


Fig. 3.17 フローコントローラーと液体窒素導入チューブの接続

② PY 信号ケーブルを用いてフローコントローラーと熱分解装置の温度コントローラーを接続します。フローコントローラーへは、“（PY）”にバルブ制御用のケーブルを接続し、センサーコネクターは MJT 制御ケーブルと接続してください（Fig. 3.18）。パイロライザーの温度コントローラー背面は Fig. 3.19 を参照し、VALVE と SENSOR のコネクターに、それぞれケーブルを接続してください。

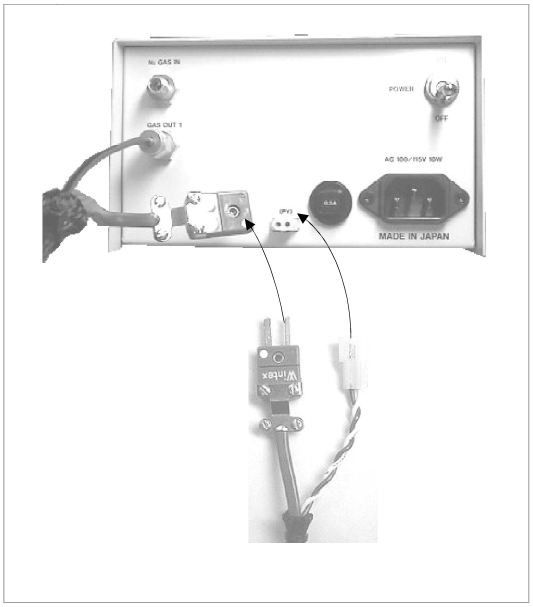


Fig. 3.18 フローコントローラーへの接続

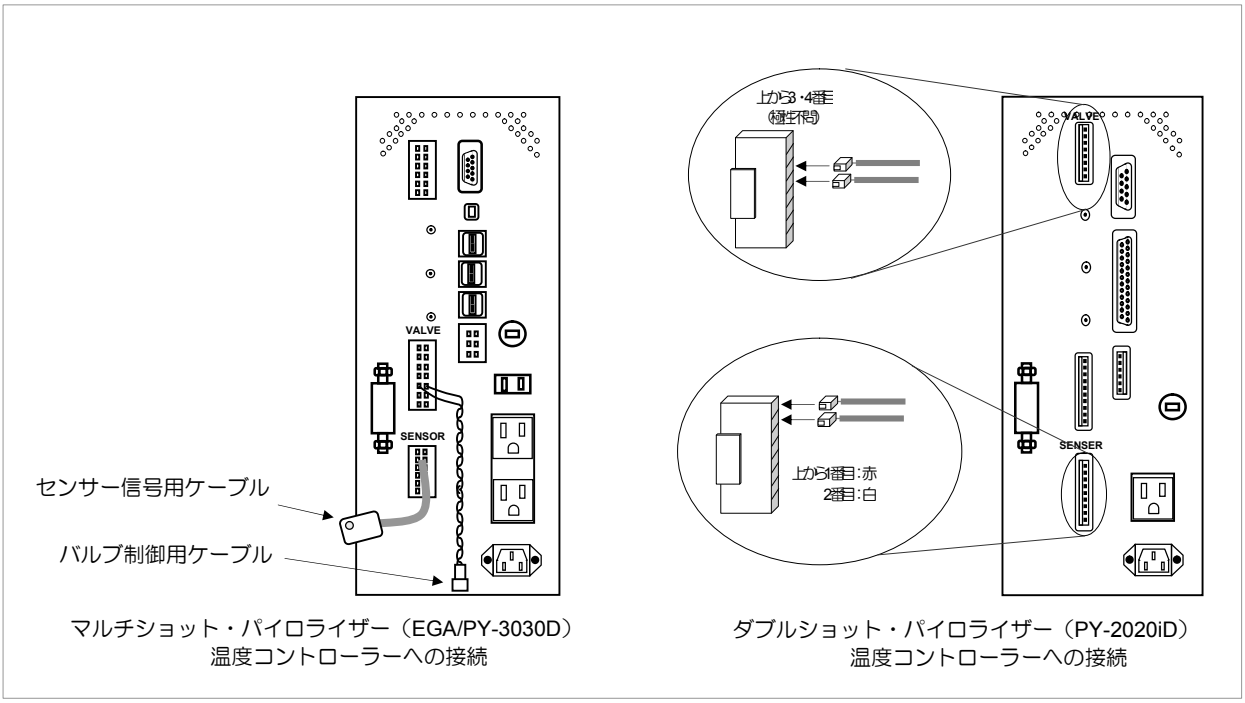


Fig. 3.19 各温度コントローラ背面への接続

③ フローコントローラー背面の ＜N_2 GAS IN＞ に MS トラップ管の“OUT”側を接続します。また、MS トラップ管の“IN”側を窒素ボンベと接続します（Fig. 3.20）。

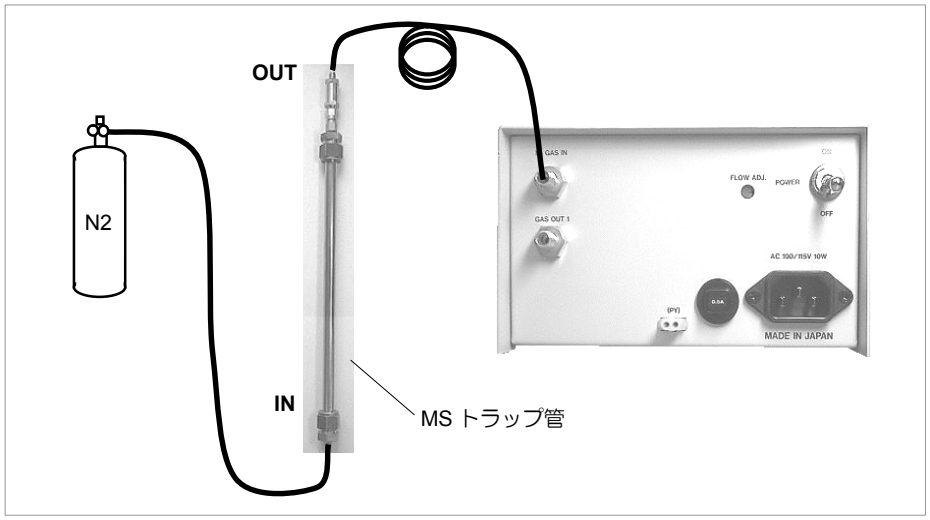


Fig. 3.20 窒素ガス配管の接続

④ ガス配管、ケーブル類の接続図を Fig. 3.21 に示します。正しく接続されていることをご確認ください。

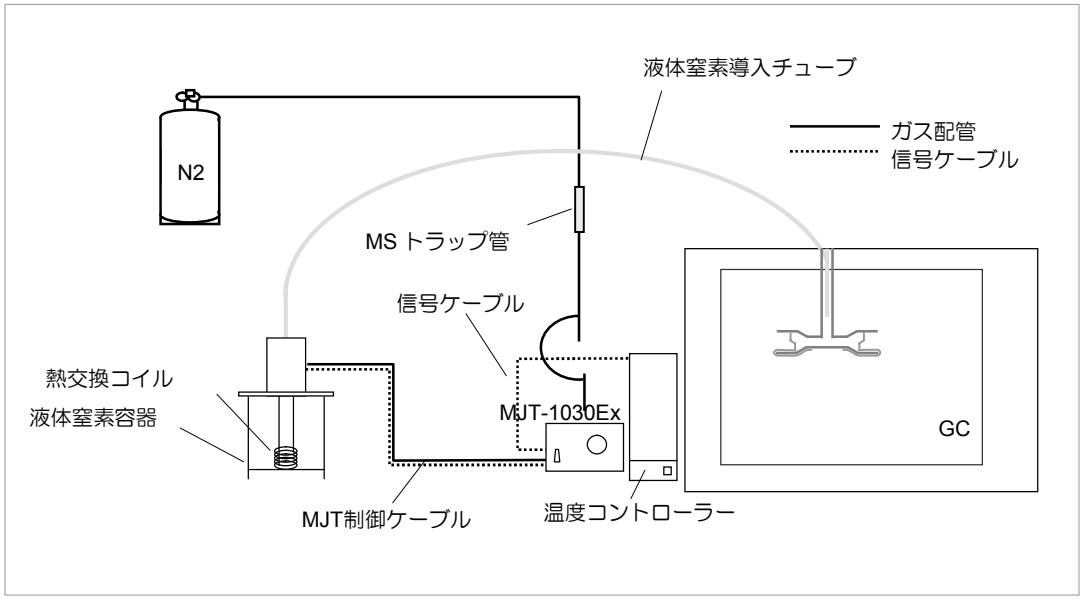


Fig. 3.21 各装置の接続

3.7 温度表示の確認と補正

液体窒素導入チューブと温度コントローラーの組み合わせによっては、液体窒素の温度（-196 ºC）を正しく表示しない場合があります。 以下の手順に従って、温度表示の確認と補正を行ってください。

① パイロライザーまたはマイクロリアクターの制御ソフトウェアを起動後、”Tools” - ”Instrument Set Up” の画面で、A. の ”MicroJet Cryo-Trap”の項目にチェックを入れてください。 画面右下の B にトラップ部の温度が表示されます（Fig. 3.22）。

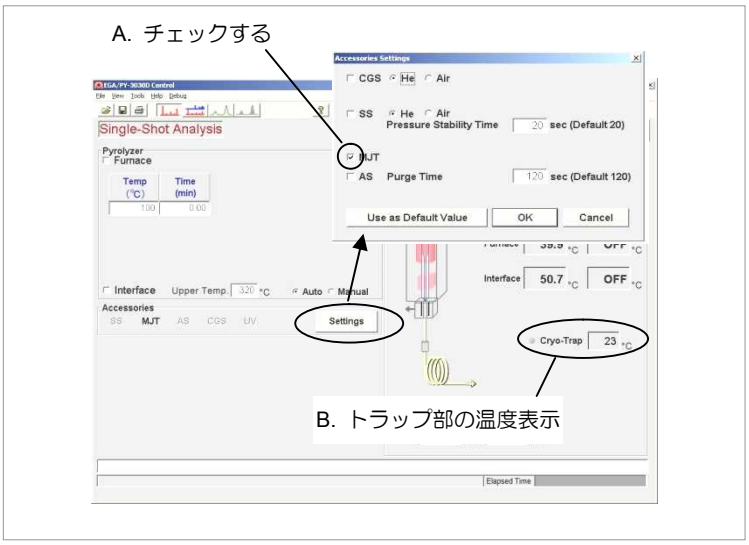


Fig. 3.22-1 トラップ部の温度表示（EGA / PY-3030D）

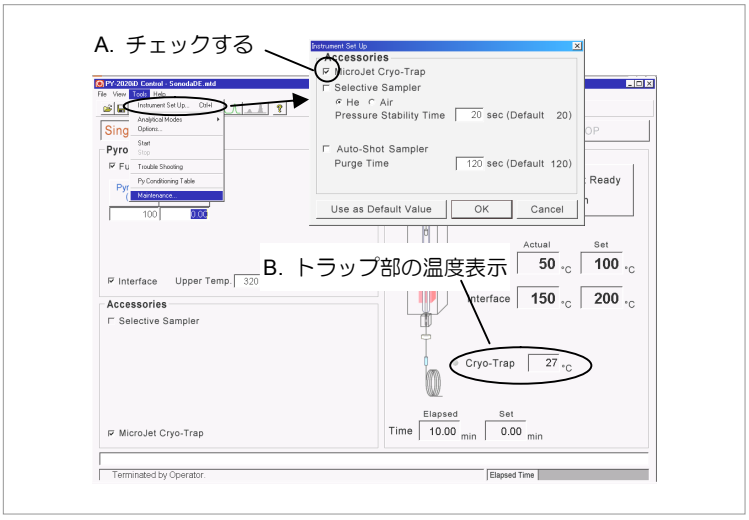


Fig. 3.22-2 トラップ部の温度表示（PY-2020iD）

② 液体窒素導入チューブを、一度 GC オーブン上部より引き抜き、先端を液体窒素の中に浸漬します。

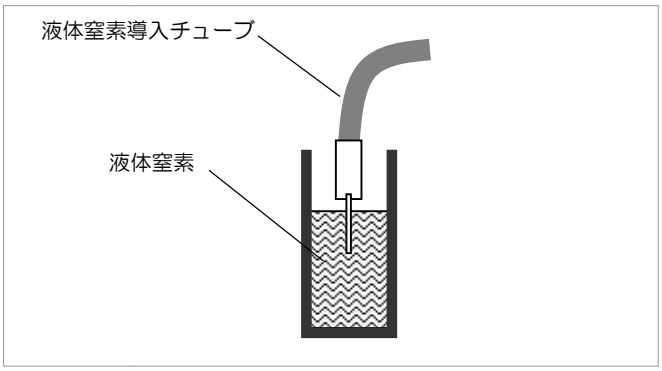


Fig. 3.23 液体窒素への温度センサーの浸漬

③ Fig. 3.22 の B に-196±1 ºC の温度が表示されることを確認してください。この範囲以外の温度が表示された場合には、温度表示の補正が必要ですので④へお進みください。

④ “Tools” – “Maintenance” を選択して、パスワードに EGA/PY-3030D の場合には ”3030” を、PY-2020iD の場合には“2020”を入力し、Fig. 3.24 の画面を表示させてください。

⑤ 温度センサーを液体窒素に浸漬した状態での B の表示温度を C に入力し、“SAVE“ を押してセーブしてください。その後、B の温度が-196 ±1ºC になることを確認してください。

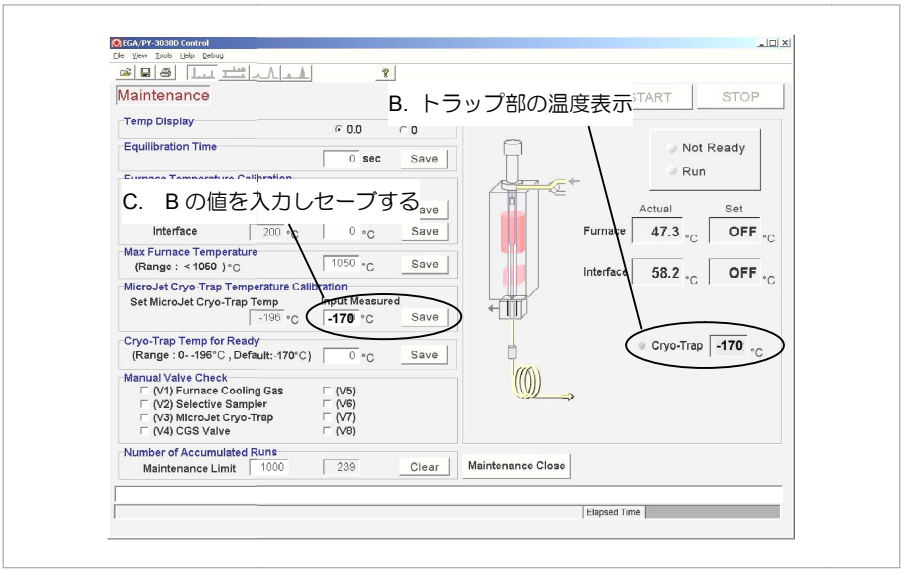


Fig. 3.24 冷却部の表示温度の補正画面の例（EGA/PY-3030D）

3.8 スタンドの設置

スタンド台にスタンド支柱を立て、ムッフ付きクランプをスタンド支柱に取り付けます（Fig. 3.25）。

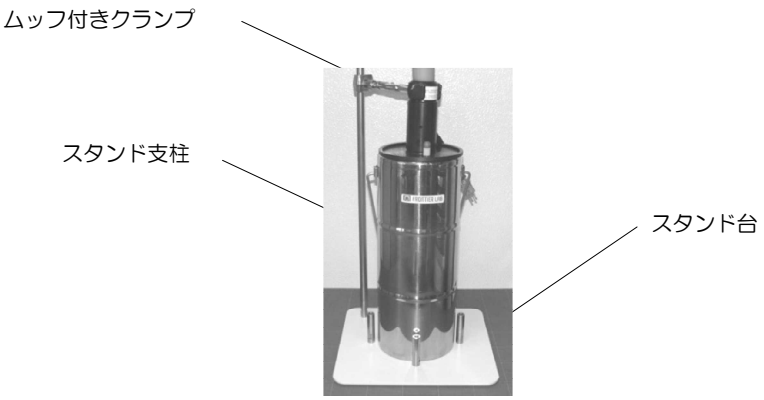


Fig. 3.25 スタンドの設置

3.9 カラムの取り付け

① カラムを GC オーブン内のカラムハンガーに設置します。

② カラムの入口側をカラムホルダーに通し、GC 注入口に接続します（Fig. 3.26）。

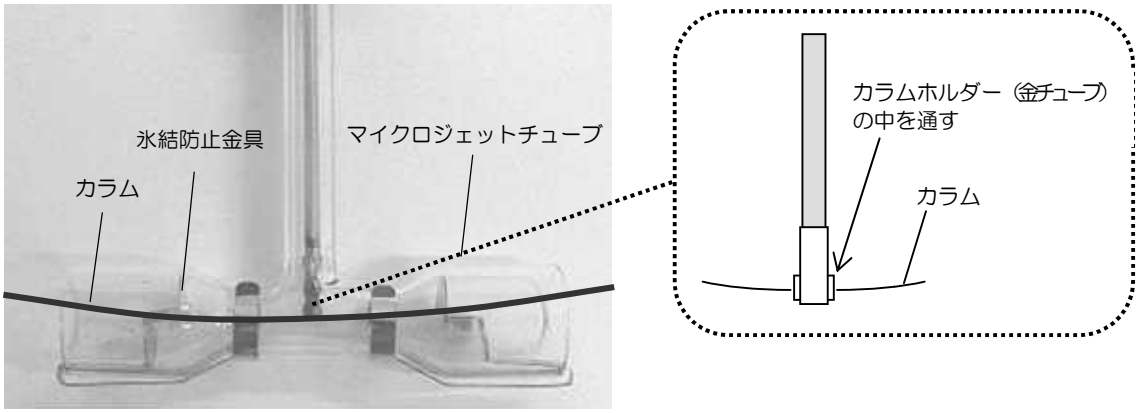


Fig. 3.26 カラムホルダーへのカラムの挿入

3.10 熱交換コイルの液体窒素容器への挿入

① N_2 ボンベの元栓を開け、ストップコックを開けます。フローコントローラーの制御モード切換えスイッチを ON にし、窒素ガスを流しながら熱交換コイルを液体窒素容器に挿入します（Fig. 3.27）。

Fig. 3.27 液体窒素容器への熱交換部の挿入

警告

液体窒素を取扱う際は、必ず皮製手袋を装着して作業を行ってください。布製手袋は使用しないでください。

警告

熱交換部を液体窒素が一杯に入った容器に挿入する場合、液体窒素が突沸して吹き出すことがあり非常に危険です。十分に注意して、ゆっくりと挿入してください。

注意

窒素ガスを流さずに熱交換コイルを液体窒素に挿入すると、液体窒素導入チューブの先端部から空気が吸引され、空気中の水分の凝結により、液体窒素導入チューブが詰まる恐れがあります。熱交換コイルの液体窒素への挿入の際は、必ず窒素ガスを流しながら行ってください。

注意

冷却を行わない状態でも熱交換コイルを液体窒素に挿入した状態では、微量ながら液体窒素を消費しますので、長時間装置を使用しない場合は、熱交換コイルは液体窒素から取出してください。

② ムッフ付きクランプを用いて液体窒素導入チューブを固定します（Fig. 3.28）。

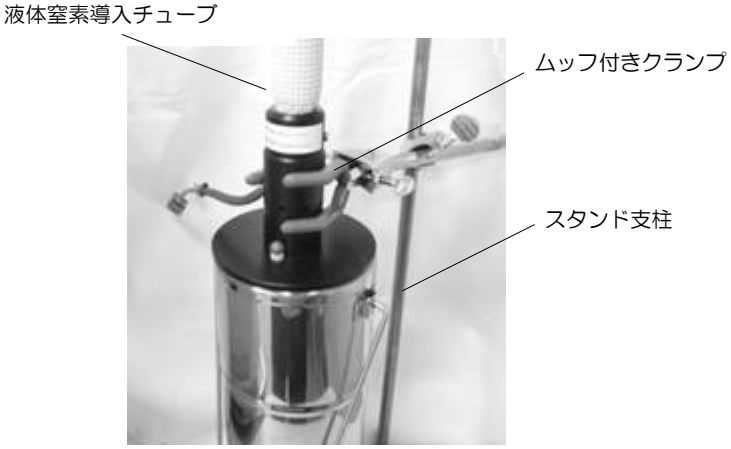


Fig. 3.28 液体窒素導入チューブの固定

3.11 液体窒素導入チューブの取り外し

液体窒素導入チューブを取り外した際には、MJT 制御ケーブルのセンサーコネクターにショート用コネクターを接続してください（Fig. 3.29）。ショート用コネクターを接続しないで熱分解装置を使用すると、熱分解装置の温度制御に誤差が生じることがあります。

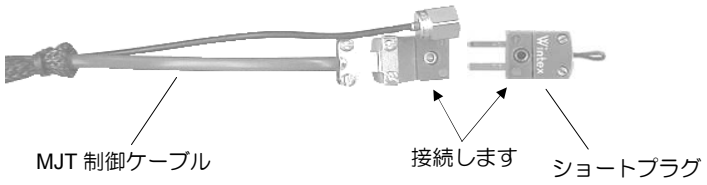


Fig. 3.29 ショートプラグの接続

第4章 操作

4.1 熱交換コイルの取り扱い

① 液体窒素容器に液体窒素を補充する場合には、熱交換コイルを液体窒素容器から取り出してから、補充してください。

② 熱交換コイルを液体窒素の入った液体窒素容器に挿入する際には、必ず 1 分間程度窒素ガスを流して、液体窒素導入チューブ内の水分を十分にパージし、窒素ガスを流しながらゆっくり挿入してください。

③ 熱交換コイルを液体窒素容器に挿入した状態では、冷却を行わない場合でも液体窒素を消費します。長時間装置をご使用にならない場合には、熱交換コイルを液体窒素から取り出しておいてください。

注意

熱交換コイルを液体窒素容器に入れた状態では、必ず窒素ボンベのコックおよび MJT-1030Ex のフローコントローラーのストップコック（Fig. 1.4 参照）を開けておいてください。液体窒素導入チューブが、空気中の水分の凝結で生成する氷により詰まる恐れがあります。

4.2 窒素ガス供給圧力の設定

窒素ガスの供給圧力を 600 kPa に設定してください。供給圧力が低過ぎると、必要な冷却温度が得られない場合があります。次に、熱交換コイルを液体窒素に浸漬せずに、室温に設置した状態で、フローコントローラー前面の窒素ガス流量調整ツマミで、圧力ゲージを見ながら流量を調整します。圧力と窒素ガス流量・冷却温度・トラップ可能な化合物の目安は下表をご参照ください。オートモード（PC からの自動制御）を行う場合には、必ず 300 kPa に設定してください。冷却温度が-170ºC 以下に達しないと、コントロールソフトウェアはシステムを Ready と判断しないために、プログラムが進行しません。

窒素ガス・液体窒素消費量と冷却性能の関係			
フローコントローラー 圧力ゲージ （kPa）	320	220	160
窒素ガス流量 （L/min）	7	5	3.5
液体窒素消費量 （mL/min）	20	15	10
冷却温度の目安 （ºC）	-190	-150	-50
トラップ可能な化合物の目安	ブタン	ヘキサン	ウンデカン

4.3 マニュアルモードでの操作（手動でCOOLINGのON/OFF）

① MJT-1030Ex のフローコントローラーのストップコックを開いてください。

② フローコントローラー背面の＜POWER＞スイッチ（Fig. 1.4）を＜ON＞のポジションにセットし、前面の＜POWER＞ランプが点灯していることを確認してください。

③ 制御モード切換えスイッチを＜ON＞のポジションにすると＜クーリングランプ＞が点灯し、冷却を開始します。＜OFF＞にすると冷却が停止します。

④ 必要な冷却温度に到達したら試料を導入します。窒素ガス流量により到達温度は異なりますが、約 3 分以内で温度が安定します。冷却温度をモニターした例を Fig. 4.1 に示します。

⑤ 試料導入が終了したら、制御モード切換えスイッチを＜OFF＞にするのと同時に GC をスタートします。

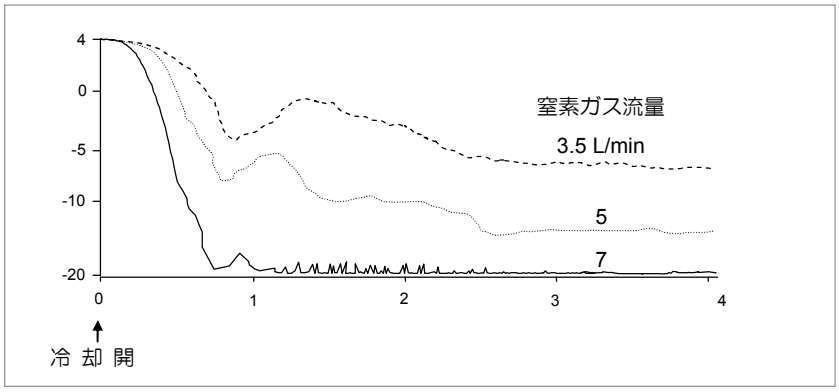


Fig. 4.1 冷却温度のプロファイル
GC Oven：40 ºC

4.4 パイロライザーまたはマイクロリアクター制御ソフトウェアからの自動制御

パイロライザーまたはマイクロリアクターと組み合わせて使用する場合は、フローコントローラー正面の“モード切換えスイッチ”を“AUTO”に切換えてください。各分析条件の設定はパイロライザーまたはマイクロリアクターの制御ソフトウェアで行います。制御ソフトウェアの操作方法は、各装置の操作説明書をご参照ください

第5章 性能確認

5.1 流量の確認

① フローコントローラーに接続した窒素ボンベ圧力調整器の二次圧力を 600 kPa に設定してください。

② POWER スイッチを ON にしてください（Fig. 1.5）。

③ フローコントローラーのストップコックを開けてください（Fig. 1.4）。

④ 熱交換コイルを室温に保った状態で、フローコントローラーの制御モード切換えスイッチを ON にしてください。このときにフローコントローラーの圧力ゲージを 320 kPa に合わせてください。

5.2 冷却温度の確認

① 窒素ガスを流しながら熱交換コイルを液体窒素の入った液体窒素用容器にゆっくり挿入してください。

② 約 3 分以内に-180ºC 以下に冷却されることを確認してください。

5.3 トラップ効果の確認

① 制御モード切換えスイッチを COOLING OFF にします。

② カラムを GC に接続し、GC オーブン温度を 40ºC に設定してください。その他の注入口や検出器の温度などの条件は、通常使用している一般的な条件に設定してください。

③ タバコ点火用の簡易ライター等のブタンガスを 10 µl の通常のマイクロシリンジで約 2 µl 採取し、GC 注入口へ注入してください。

④ ブタンのピークが検出されることを確認してください（Fig. 5.1 A）。

⑤ フローコントローラーの制御モード切換えスイッチを ON にし、冷却を開始してください。

⑥ 冷却温度が約-180 ºC 以下に達しましたら（冷却開始から 2～3 分程度）、同様にブタンを約 2 µl 注入してください。

⑦ 上記③の操作でのブタンの溶出時間に、ブタンのピークが検出されないことを確認してください。

⑧ 3 分後に制御モード切換えスイッチを OFF にし、冷却を停止してください。その後、トラップされていたブタン等が検出されることを確認してください（Fig. 5.1 (B)）。

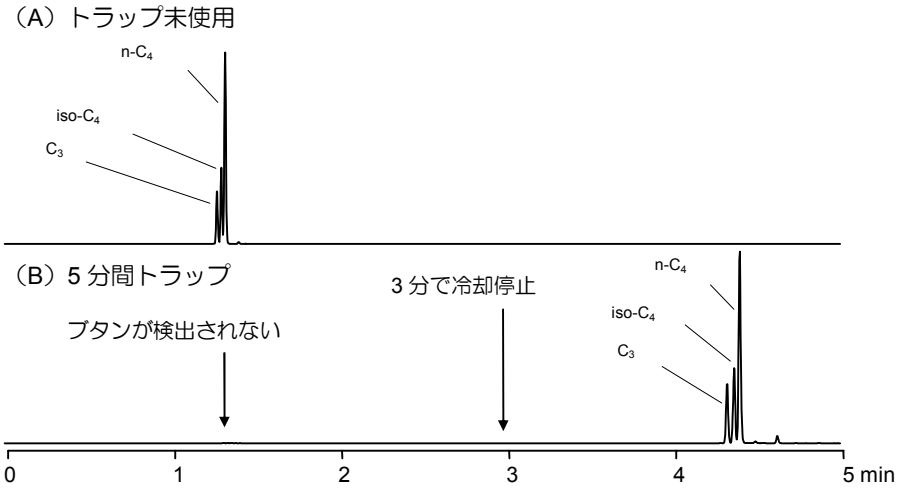


Fig.5.1 ブタンガスを用いたトラップ効果の確認

分離カラム：Ultra ALLOY-5^{+}（5%ジフェニルポリシロキサン, 長さ：30 m, 内径：0.25 mm, 膜厚：0.25 μm）
GC オーブン温度：40ºC, 注入口温度：250ºC, 検出器:水素炎イオン化検出器（FID） 300ºC
カラム流量：1 ml/min, キャリヤーガス総流量：60 ml/min

以上で性能の確認は終了です。異常が認められた場合には、第 6 章の故障対策をご参照ください。

第6章 故障対策

現象	原因	対策
1. 全く冷却が行われない。	電源ケーブルが接続されていない。	電源ケーブルが接続されているか確認してください。
	電源スイッチが入っていない。	POWER スイッチを”ON”にして、電源ランプが点灯することを確認します。点灯しない場合は、ノンヒューズブレーカーを点検してください。ブレーカーが落ちている場合はブレーカーのボタンを押すと復帰します
2. -180ºC まで冷却されない。	窒素ガスの流量が足りない。	a. -180ºC 以下に冷却する場合には、窒素ガス流量を 7 L/min 流す必要があります。この場合、冷却中は 280～320 kPa の圧力を指示します。窒素ガスが流れていない状態で熱交換コイルを液体窒素に浸漬した場合、熱交換部のパイプ内が逆流した空気中の水分の氷結により詰まります（この場合フローコントローラー部の圧力計が 500 kPa 以上を示します）。熱交換コイルを液体窒素から取り出し、N_2 ガスを流して約５分間室温で放置します。 b. 窒素ボンベの圧力調整器が 7 L/min の流量に対応していない場合にも流量が不足することがあります。この場合は、圧力調整器を交換する必要があります。
	窒素ガスが漏れている。	各接続部がしっかりと接続されていることを確認してください。
	液体窒素が足りない。	本装置が正常に作動するためには、熱交換コイルが 5 cm 以上液体窒素に浸漬している必要があります。標準容器のシーベル 10 では 2 L 以上の液体窒素が必要となります。液体窒素を補充してください。
	オーブン温度が高い。	カラムオーブンの初期温度は 50ºC 以下でご使用ください。
	室温が高い	本装置は 30ºC 以下の環境下でご使用ください。
3. コントローラーの圧力計が 500 kPa 以上の高い値を示す。	熱交換コイル又は液体窒素導入チューブが詰まっている。	上記 2.a.をご参照ください。
4. パイロライザーの温度コントローラーから制御できない。	信号ケーブルが接続されていない。	信号ケーブルを接続します。本マニュアル 3.6 をご参照ください。
	フローコントローラーの制御モード切換えスイッが ”AUTO”になっていない。	制御モード切換えスイッチを ”AUTO” の位置にします。
	温度コントローラーで、Cryo Trap の制御設定が自動制御になっていない。	“FUNCTION”の画面で “Cryo Trap” に “1” を入力してください。詳細は、本マニュアル第 4 章 4.4 を参照ください。
5. ピーク形状がブロードになる。または、ピークが割れる。	十分に冷却されていない。	窒素ガスの流量が足りない。または、液体窒素が足りない。 上記 2.をご参照ください。
	カラムの冷却部分が氷結している。	窒素ガスの流量が足りない。上記 2.をご参照ください。
6. ブタンがトラップされない。	十分冷却されていない。	冷却温度が-180ºC 以下になっているか確認します。-180ºC 以下まで冷却されない場合は、上記 2.をご参照ください。

以下に予想される現象とその原因ならびに対策を示します。

第7章 交換部品表

以下の交換部品をご注文の場合は、弊社販売代理店にご用命ください。

部品名称	部品番号	個数	備考
液体窒素導入チューブ固定板 （Agilent 7890/6890 用,）	MJ1-1201	1	Agilent 7890/6890 への取り付け用
液体窒素導入チューブ固定板 （サーモフィッシャーTRACE GC 用）	MJ1-1207	1	サーモフィッシャーTRACE GC への取り付け用
液体窒素導入チューブ固定板 （島津 GC-17A, GC-2010 用）	MJ1-1204	1	島津 GC-17A, GC-2010 への取り付け用
液体窒素導入チューブ固定板 （パーキンエルマーClarus GC 用）	MJ1-1209	1	パーキンエルマーClarus GC への取り付け用
液体窒素導入チューブ Ex	MJ1-1303	1	冷却先端部と一体化
ガイドポスト	MJ1-1251	1	固定板に立てる支柱, 2 本使用
熱交換コイル（2 L 容器用）	MJ1-1305	1	液体窒素に浸漬する熱交換コイル（2 L 容器用）
熱交換コイル（10 L 容器用）	MJ1-1304	1	液体窒素に浸漬する熱交換コイル（10 L 容器用）
熱交換コイル（25 L 容器用）	MJ1-1306	1	液体窒素に浸漬する熱交換コイル（25 L 容器用）
マイクロジェットチューブ	MJ1-1111	1	石英製（Fig. 3.13）
氷結防止金具	MJ1-1121	2	マイクロジェットチューブに取り付けて使用 （Fig. 3.14）
マイクロジェットチューブ固定キット	MJ1-K300	1	マイクロジェットチューブの取り付けに使用 （Fig. 3.13）
MJT 制御ケーブル	MJ1-4201	1	窒素ガス及びセンサー信号ケーブル
MJT 信号ケーブル	MJ1-4202	1	バルブの制御用